

# Language Innovations, LLC™

Helping businesses communicate worldwide

1225 I Street, NW  
Suite 500  
Washington, D.C. 20005

tel 202 682.4737  
fax 202 682.3114  
email [translate@languageinnovations.com](mailto:translate@languageinnovations.com)

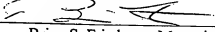
## TRANSLATION CERTIFICATION

This is to certify that the translation of the attached documents, **Reference: Patent Application: Filter Aid**, was performed by a professional translator, who is a native speaker of the target language and is to the best of our knowledge and ability, a true and accurate translation of the original text delivered to Language Innovations, LLC by our client **Foley & Lardner**. The original documents were translated from **German** into **English** and at completion delivered to the client on **September 13, 1999**.

I hereby declare that all statements made herein are of my own knowledge and are true and that all statements made based on information or belief are believed to be true. It is also understood that these statements are made with the knowledge that false statements are punishable by fine or imprisonment or both.

Language Innovations, LLC hereby agrees to keep the content of this translation confidential according to ethical and legal standards of the profession of Translation. Language Innovations, LLC agrees not to discuss, evaluate, distribute or reproduce any material included in or related to the translation of this document.

Date: September 13, 1999

Signature:   
Brian S. Friedman, Managing Member  
Language Innovations, LLC

Subscribed and sworn before me this 13<sup>th</sup> day of September 1999, at Washington, DC.

JAMES M. REED  
My Commission expires Notary Public District of Columbia  
My Commission Expires JUNE 30, 2002

  
Notary Public

## Filter Aid

The invention relates to a filter aid, as disclosed in the preamble of claim 1, a process for its production and its application.

Cellulose-based filter aids have been known for a long time ("Ullmann's Encyklopädie der technischen Chemie", 3rd edition (1951), first volume, page 492, key word "felted layers" and page 493, key word "filter aids"). Cellulose is produced in a multi-step chemical process, in which all sensorially active materials are removed from the raw material.

Hence filter aids made of pure cellulose are used wherever the sensorial neutrality of the used filter aid is of great significance. Examples of cellulosic filter aids are EFC (low extract cellulose), fine powder cellulose, fine fibrillated cellulose, cationized powder cellulose, fine MCC (microcrystalline cellulose).

In contrast, filter aids made of untreated woodpulp are produced by mechanical comminution, thus only by physical treatment, and can, thus, release extractives (color, odor, flavor) during filtration. Therefore, the use of wood fiber-based filter aids is usually limited to industrial filtrations, where relatively little demand is placed on the sensory analysis.

Not only for filtration in the food and luxury food sector, but also for many industrial applications, they may not be considered, e.g. for sugar solutions (glucose, dextrose, fructose), molasses, dye solutions, fats and oils and the like.

The difficult field of beverage filtration demands, on the one hand, complete sensorial neutrality of the used filter aid; on the other hand, the number of commonly used filter aids are limited for economic reasons, since the maximum expense for the filter aid is fixed by the price of the mineral filter aids dominating this market.

Usually beer filtration takes place in two steps. The first step usually involves a coarse filtration, during which operation the liquid usually passes through a precoated layer of a filter aid. This step is frequently followed by a fine filtration (membrane, kieselguhr, etc.).

The standard filter aid for the precoat-type filter in the beverage, especially beer, sector, is kieselguhr. A high percentage of the world beer production is clarified by kieselguhr filtration. Currently it exceeds more than 1.1 billion hl beer.

The total demand for filter aids is worldwide ca. 750,000 tons per year, where inorganic materials, like, for example, kieselguhr, perlite or bentonite, constitute by far the largest share of this amount. Of this total amount about 250,000 tons to 300,000 tons per year are consumed worldwide by the beverage industry, largely by the breweries, but also by producers of wine and fruit juices.

The amount of filter aids, which are based on organic raw materials that can regrow again (cellulose, woodpulp, etc.), is to date only ca. 20,000 tons per year, even though their use offers a plurality of advantages over inorganic filter aids.

Thus organic filter aids are natural materials, whose quality fluctuates only over a narrow range and whose occurrence can be renewed at regular intervals. In addition the use of organic filter aids presents neither a health risk nor harmful effects for the environment and nature. Pumps and conveying elements of the filtration system are protected as much as possible owing to the non-abrasive property. Finally the consumed filter cakes can be easily disposed, for example, through land management, composting or animal fodder.

*Of course, organic filter aids are in part many times more expensive than kieselguhr or they exhibit filtration properties that do not completely match those of kieselguhr.*

For this reason organic filter aids have not been able to prevail to date against kieselguhr or are used in any case together with kieselguhr (report by J. Speckner "Cellulose as Filter Aids" in the journal ("Brauwelt", vol. 124 (1984), issue 46, pages 2058 to 2066, in particular page 2062, left column top).

However, kieselguhr has become increasingly a problem. As a natural mineral material its occurrence is limited. Thus in the case of kieselguhr one must resort more and more to low grade qualities in order to meet the high demand of industry. The result is, however, a rising cost for the cleaning and processing of kieselguhr, which could in the long run have a negative impact on its economic situation.

An even greater impact presents, however, the fact that the users' attitude toward kieselguhr is becoming more critical.

This reservation stems from the problems posed to the lungs due to many natural mineral materials and hence kieselguhr, a feature that must be taken very seriously from the point of view of occupational medicine. In 1988 the World Health Organization (WHO) categorized kieselguhr as a carcinogenic substance following a series of animal experiments. For handling there are strict regulations that are being asserted and observed more and more in Germany.

Another factor is that the disposal of kieselguhr is becoming increasingly more critical in industrial countries. A classification as hazardous waste makes landfilling considerably more difficult. With the introduction of the new technical rules on municipal waste, the disposal situation for kieselguhr is becoming more restrictive. In many cases disposal of kieselguhr used as filter aid already gives rise to costs of approximately DM 600.00 per t of kieselguhr, when used in beer filtration, or 1,500.00 per t of kieselguhr when used in the industrial filtration of problematic substances.

Starting from these urgent problems in particular in the beer filtration sector, the invention is based on the problem of developing a filter aid that is effective and can be provided economically.

This problem is solved by the invention described in claim 1.

Sensorially active substances, thus active with respect to color, odor and / or flavor, are to be removed from the filter aid to a sufficient extent prior to use as a filter aid so that none of these substances can pass into the filtrate to a significant extent and impair its sensorial properties. The particles are neutralized sufficiently to a certain extent sensorially in order to be able to serve as a filter aid. In so doing, it is essential that the treatment is carried out only to the extent that it is necessary for this purpose. The use of energy and chemicals remains in a justifiable range so that the product can compete economically with kieselguhr. The action is, therefore, not as intensive as in the case of the production of cellulose from wood fibers. Surprisingly it has been found that by means of a liquid treatment a sufficient neutralization of the particles with respect to sensorial aspects can be achieved without the need for simultaneously high pressures and temperatures to be employed, without the need for large amounts of aggressive chemicals and treatment periods of many hours to days. In this respect the invention opens an expanded area of application for plant fiber materials without the expense required for the production of cellulose.

Although the starting point and preferred area of application for the invention is beer and beverage filtration, which concerns the provision of a kieselguhr substitute material, the invention is not restricted to this area of application.

In a preferred embodiment of the inventive thought the particles comprise wood particles (claim 2), for example, wood fibers (claim 3) or, in particular, wood comminution residues (claim 4), hence for example sawdust, sanding dust, wood shavings, wood chips, cutting waste, chipped wood and the like.

However, cotton, straw, hemp, flax, bast, grasses are also suitable starting material, similarly cellulose-containing secondary raw materials, like old paper and paper waste.

In the preferred embodiment of the invention the particles have been treated with a dilute alkali solution (claim 5). However, treatment with diluted acid (claim 6), with an organic or inorganic solvent (claim 7) or also only with water (claim 8) is not ruled out, where according to the

conventional rules longer action periods and higher temperature must compensate for the lower solubilizing power.

The filter aid particles produced from wood particles are actually to retain their wood character, i.e. the lignin shall not have been virtually quantitatively extracted from the raw material wood, as occurs in cellulose production in the sulfite or sulfate process by treatment for many hours at raised pressure at temperatures far above 100°C.

The treatment time in the invention can be relatively short, especially for the alkali solution treatment, for example less than two hours, so that it is differentiated by almost one order of magnitude from the treatment time in the production of cellulose. The goal is the removal of only fractions of the wood that are unwanted with respect to the application purpose as a filter aid, i.e. have an effect in terms of flavor, odor and/or color in the filtrate. In this case it is not primarily lignin, but compounds, such as essential oils, terpenoids and terpenoids, tannic acids, fats and waxes, phenolic substances (lignans, phenylpropanes, coumarin) stilbenes, flavonoids and the like, which constitute an amount ranging from approximately 4 to 5 percent by weight of the dry wood. It has been found that these compounds can be, by means of a treatment with dilute alkali solutions or acids even at ambient temperatures under atmospheric pressure, extracted from the wood or else made inactive to the extent that the treated wood particles are sufficiently neutral sensorially for practical use as a filter aid. It is irrelevant whether during a rigorous analysis no residues of the unwanted type can be observed any longer, but rather, for example, a medium filtered using the filter aid does not permit, during sensorial testing, any wood flavor or wood aroma or any brown discoloration to be recognized.

Precisely with the use of wood particles as the starting product can the filter aid of the invention be provided especially economically. The cost ought to be in the same order of magnitude as the cost for kieselguhr, but only at about one-third the cost for cellulose powder.

It also seems to the case that the particles treated according to the invention also exhibit a roughened or fissured surface structure that has an advantageous effect on the filter properties.

The treatment can be brief relative to the treatment durations of cellulose production.

The grinding determines largely the filtration properties. With fine grinding the permeability of the filter layer is generally lower. By means of grinding (micronization, fibrillation), the particle shape is also affected, a feature that in turn changes the water value, which will be explained below, as a measure for the permeability of the filter layer. In the case of fibrous cellulose products they can be fibrillated to a greater or lesser extent. The grinding can also be performed in a plurality of steps, during which procedure a first grinding for the production of the particles is followed by a further grinding after the treatment and before or after the drying.

According to claim 9, the filter aid can comprise essentially only wood particles of one and the same type, size and pretreatment, thus can be essentially uniformly composed.

However, it is also possible according to claim 10 for the filter aid to comprise at least two particle fractions comminuted according to different processes, in order to be able to set the filtration properties in accordance with the requirements.

From the same aspect, the filter aid can comprise at least two particle fractions comminuted to different dimensions (claim 11) and/or at least two particles produced from different starting materials (plant fibers) (claim 12).

The filter aid can also comprise other fractions that do not affect the filtration properties (claim 13).

It can also be a mixture with other filter-active constituents, i.e. not consisting of plant fibers (claim 14), also with mineral constituents (claim 15), namely with kieselguhr (claim 16), which would have the effect of reducing the kieselguhr content and the associated problems mentioned at the outset.

However, suitable additional constituents are also other mineral filter aids, in particular perlite (claim 17).

According to claim 18, the largest mean particle diameter of the ready-to-use filter aid shall be less than 3.0 mm.

In contrast, in the case of fibrous particles the mean fiber diameter shall be less than 1.0 mm.

Since the particles are produced by grinding, they do not have an exact size, but rather a size distribution for instance according to a Gaussian curve. The position of the maximum on this curve may be taken to mean here the largest particle dimension.

The filter aid of the invention can be used to form precoated filter layers in the same manner as was previously the case with mineral filter aids.

The invention also extends to a process according to claim 20 for producing the filter aid, in which the particles are digested by the treatment solution in the course of a period of action.

A suitable temperature range during the treatment of the particles is the range of ambient temperature, which, although it does not require any consumption of heating energy, does require longer treatment times (claim 21).

Another practicable range with shorter treatment times is 50-130°C (claim 22).

Another important feature of the process during the treatment of the particles is, however, that the treatment can also take place at temperatures below 100°C and simultaneously at atmospheric pressure (claim 23), a feature that significantly simplifies the system required to produce the filter aid.

In a preferred method according to claim 24 a dilute alkali solution is used as the treatment medium.

According to claim 25, atmospheric pressure in the temperature range of 70 to 90°C can be employed, which is a temperature markedly increased with respect to room temperature, but is below the boiling point and eliminates the use of pressure vessels. This leads to a usable filter aid with a minimum of equipment and energy consumption.

"Dilute alkali solution" shall mean an aqueous solution having a content ranging from 2 to 10% by weight of the dry alkali, based on the solids content (claim 26).

In the preferred embodiment of the invention, a sodium hydroxide solution is used (claim 27).

The period of action depends, apart from the pressure and temperature, on the solubility power of the treatment solution for the unwanted constituents and in the case of water as the treatment solution it will be relatively the longest. In the case of a dilute alkali solution as the treatment solution, periods in the seconds range are out of the question, but rather those that are short in comparison with the periods of action of many hours to days necessary in cellulose production. The period of action is partly dependent on the particle size.

It is, moreover, of a size determined by the fact that precisely only the sensory-critical substances are to be removed from the particles, in particular the wood particles. The latter purpose is achieved when at most 10% by weight on an absolutely dry basis of the wood constituents are removed (claim 28), whereas the production of cellulose relates to the release of generally more than 30% of the wood constituents.

In the case of an alkali solution treatment the period of action can range in particular from 5 to 120 min. (claim 29).

The density, i.e. the percentage by weight of the particles in the dilute alkali solution, can range from 5 to 25% during the treatment (claim 30).

After the period of action the particles can be washed and dried (claim 31).

The particle size (maximum of the particle size distribution) can be up to 10 mm, preferably 0.1 to 1.0 mm, during the treatment (claim 32).

Since grinding in the wet phase changes the particle shape, a possibility is opened up in this manner of setting the water value (claim 33).

In individual cases it is possible, without having to waive the sensorial neutrality, to further comminute the particles after the alkali solution treatment and the drying process (claim 34).

To obtain clear conditions with respect to the filter properties, it is advisable, according to claim 35, to grade the particles after the alkali solution treatment and the drying process.

The invention is also embodied in the use of finely divided plant particles, which during a period of action have been subjected to a liquid treatment, which removes the sensorially active substances from the plant particles, as a filter aid (claim 36), in particular when the particles have been treated according to the process of claims 20 to 35 (claim 37).

A suitable use is especially in beverage filtration, in particular beer filtration (claim 38).

Other fields of application of the invention are food filtration (claim 39), for example sugar solutions, edible oil, fat, gelatin, citric acid, alginate etc., filtration in the chemical sector (claim 40), for example chloralkali, in the sector of the cleaning of auxiliary liquids in metalworking (claim 41), for example cooling lubricants, rolling oils, polishing oils, etc., and in the pharmaceutical and cosmetics sector (claim 42).

To study the efficacy of the treatment of the plant fiber particles of the invention, untreated plant fiber particles (Lignocel C 120) were compared with plant fiber particles treated according to the invention (Sample No. 1; Sample No. 2; Sample No. 3). The Samples No. 1 to No. 3 were treated as follows:

**Sample 1:** To produce the treated plant fiber particles, 330 g of wood fiber flour (particle range: 70 - 150 mm), 3700 ml of water and 15.8 g of solid sodium hydroxide were digested (reacted) in a mixing and treatment reactor at from 20°C to 25°C without additional heating and without stirring. The solids content was below 10% by weight, the retention time was at least 16 hours, the pH of the aqueous alkali solution was below 11.3 after 16 hours.

The sodium hydroxide solution was filtered off by vacuum via a plastic filter, the predried wet cake was slurried in hot water (70°C) so that a solids content below 15% by weight was achieved. A final pH ranging from 3.0 to 7.0 was set using dilute hydrochloric acid, and the solution was filtered off under vacuum via a plastic filter. The subsequent rinsing was performed at least twice each time with 200 to 500 ml of water at 70°C.

**Sample 2** was treated with a hot alkali solution and rinsed cold. In a mixing and treatment reactor at temperatures above 50°C and with stirring 330 g of wood fiber flour (particle range: 70 - 150 mm), 3700 ml of water and less than 12 g solid sodium hydroxide were digested (reacted). The



solids content was below 10% by weight; the retention time was at least 20 minutes; the pH value of the aqueous alkali solution was below 10.8 at the end of the experiment. The sodium hydroxide solution was filtered off under vacuum via a plastic filter; the predried wet cake was slurried in hot water (70°C) so that a solids content below 15% by weight was achieved. A final pH ranging from 3.0 to 7.0 was set using dilute hydrochloric acid; and the solution was filtered off by vacuum via a plastic filter. The subsequent rinsing was performed at least twice each time with 200 to 500 ml of cold water at 20°C.

Sample 3 was produced at a pilot plant. The solids content was comparable with the laboratory batches. It was washed three times in cold water.

To determine the yield a thin layer of the resulting wet cake ranging from 5 to 10 mm was spread on a sheet and dried.

The degree of whiteness and the density was determined with this material.

The yield (on an absolutely dry basis) was at least 97% by weight, i.e. at most 3% by weight of the constituents of the wood fiber flour that was employed was released during the alkali solution treatment.

The sensorial test was conducted in an aqueous suspension, in which 1 g of product was suspended in 150 ml water at 100°C. With this suspension the smell and taste were tested.

To get an impression of what is still present in the untreated wood particle material (Lignocel C 120), on the one hand, and the wood particle material (sample nos. 1-3), subjected to the alkali solution treatment, the materials were subjected to an extraction in a Soxhlet apparatus. The amount of the still extractive constituents present in the materials is a measure for the suitability of the material as a filter aid for sensorially challenging filtrations.

During the extraction operation in the Soxhlet apparatus 5 g of the product dried to a moisture content below 10% by weight were extracted with 250 ml ethanol / water (1:1) for 5 hours; and the extract content was determined gravimetrically.

With the material dried to a moisture content below 10% by weight, a test filtration was subsequently conducted according to a procedure specified by the Schenk company at 20°C, in which procedure the wet cake height, the Darcy value, the fluming behavior, and the water value are determined.

The results of the test are compiled in the attached table.

The sensorial area was evaluated with numbers, where 0 denotes good, 10 denotes poor.

The table shows that the untreated material with respect to odor exhibits a value 8, which is obviously worse than the value of the treated samples nos. 1 - 3.

The same applies to the flavor, which was virtually impossible to evaluate with the untreated product Lignocel C 120.

An important point is the amount of extract. In the untreated product Lignocel C 120 3.37% could still be extracted, whereas the equivalent values of treated products were 1.0%. This means that the relatively mild alkali solution treatment had already released a noticeable amount of the extractable constituents, a feature that may be a disturbing factor in the use of the product as a filter aid.

The alkali solution treatment of the product and the subsequent washing operations make it possible to affect somewhat the water value, which is a measure for the permeability of the filter aid. The water value is determined with a laboratory pressure filter (diameter 50 mm) and an elevated water tank with level control. Between the level of the water in the elevated water tank and the filter bottom a difference of 2 m must be maintained.

The laboratory filter is provided and sealed with a moistened permeable layer of cellulose (Schenk D layer with the screen side downward). Then 25 g of filter aid are slurried in 200 to 300 ml pure water and completely transferred into the lab filter. The lab filter is attached to the elevated water tank and purged. After one minute 500 ml water are removed via a filter and then the time for the next 100 ml filtrate stopped. The water value follows from the stopped time as follows:

$$\text{water value} = \frac{480}{\text{time in minutes}}$$

If the result is a water value of less than 150, the determination is done as above, but with the use of only 4 g of filter aid. Then the result is:

$$\text{water value} = \frac{76.8}{\text{time in minutes.}}$$

Hence the shorter the time, required for a specific volume of water to flow through the filter layer, the higher is the water value.

TABLE

Product	Moisture content % by weight	Odor	Flavor	Turbidity	Color	Extract Whiteness %	Bulk density g/dm <sup>3</sup>	Wet cake height mm/25g	Darcy Value	Incoming flow behavior	Water value min <sup>1</sup> /25 g
Reference Lignocel C120	9.0	8	10 (bitter)	8 (yellow)	3.37	58.4	128	78	5.3	good	770
Sample No. 1	3.5	1	2-3 (mild)	1-2 (Colorless)	0.93	34.1	not determined	83	8.0	good	1098
Sample No. 2	5.3	1	2-3 (mild)	2 (Colorless)	1.04	34.1	125	82	7.3	good	1010
Sample No. 3	7.5	5	6 (neutral)	2-3 (almost colorless)	0.98	36.6	131	79	7.8	good	1125

**Patent Claims:**

1. Filter aid that comprises finely divided plant fiber particles, **characterized in that** the particles have been subjected to a liquid treatment, which removes the sensorially active substances from the plant fibers.
2. Filter aids according to claim 1, **characterized in that** the particles comprise wood particles.
3. Filter aids according to claim 1, **characterized in that** the particles comprise wood fibers.
4. Filter aids according to claim 1, **characterized in that** the particles comprise wood comminution residues.
5. Filter aid according to any one of claims 1 to 4, **characterized in that** the particles have been subjected to a treatment with a dilute alkali solution.
6. Filter aid according to any one of claims 1 to 4, **characterized in that** the particles have been subjected to a treatment with diluted acid.
7. Filter aid according to any one of claims 1 to 4, **characterized in that** the particles have been subjected to a treatment with an organic or inorganic solvent.
8. Filter aid according to any one of claims 1 to 4, **characterized in that** the particles have been subjected to a treatment with water.
9. Filter aid according to any one of claims 1 to 8, **characterized in that** it essentially comprises only wood particles of one and the same type, size distribution and pretreatment.
10. Filter aid according to one of claims 1 to 8, **characterized in that** it comprises at least two fractions of particles comminuted by different processes.
11. Filter aid according to any one of claims 1 to 8, **characterized in that** it comprises at least two fractions of particles comminuted to different dimensions.
12. Filter aid according to any one of claims 1 to 11, **characterized in that** it comprises fractions of particles produced from at least two different starting materials.

13. Filter aid according to any one of claims 1 to 12, characterized in that it comprises other organic or inorganic fractions that do not affect the filtration properties.
14. Filter aid according to any one of claims 1 to 13, characterized in that it comprises other filter-active fractions.
15. Filter aid according to any one of claims 1 to 14, characterized in that it comprises other mineral fractions.
16. Filter aid according to any one of claims 1 to 15, characterized in that it comprises kieselguhr.
17. Filter aid according to any one of claims 1 to 16, characterized in that it comprises perlite.
18. Filter aid according to any one of claims 1 to 17, characterized in that the mean particle dimension of the ready-to-use filter aid is below 3.0 mm.
19. Filter aid according to any one of claims 1 to 17, characterized in that the mean fiber diameter is below 1.0 mm in the case of fibrous particles.
20. Process for producing the filter aid according to any one of claims 1 to 19, characterized in that the particles are digested with the treatment solution during a period of action.
21. Process according to claim 20, characterized in that the temperature of the treatment solution during the treatment is in the range of ambient temperature.
22. Process according to claim 20 or 21, characterized in that the temperature of the treatment solution during treatment ranges from 50-130°C.
23. Process according to any one of claims 20 to 22, characterized in that the temperature of the treatment solution during the treatment is below 100°C and the treatment takes place under atmospheric pressure.
24. Process according to any one of claims 1 to 23, characterized in that the treatment is conducted with a dilute alkali solution.
25. Process according to any one of claims 1 to 24, characterized in that the temperature of the alkali solution during the treatment ranges from 70 to 90°C.
26. Process according to any one of claims 1 to 25, characterized in that the concentration of the dilute alkali solution ranges from 2 to 10% by weight, based on the solids content.

27. Process according to any one of claims 24 to 26, **characterized in that** the alkali solution used is a sodium hydroxide solution.
28. Process according to any one of claims 20 to 27, **characterized in that** the period of action is of such a duration that at most 10% by weight on an absolutely dry basis of the wood constituents are removed.
29. Process according to any one of claims 24 to 28, **characterized in that** the period of action ranges from 5 to 120 min.
30. Process according to any one of claims 24 to 29, **characterized in that** the density during the treatment ranges from 5 to 25%.
31. Process according to any one of claims 20 to 30, **characterized in that** the particles are washed and dried after the period of action.
32. Process according to any one of claims 20 to 31, **characterized in that** the particle size during the treatment is up to 10 mm, preferably from 0.1 to 1.0 mm.
33. Process according to any one of claims 20 to 32, **characterized in that** the water value is set by influencing the grinding in the wet phase (refiner).
34. Process according to any one of claims 20 to 33, **characterized in that** the particles are further comminuted after the treatment and before the drying, simultaneously with the drying or after the drying.
35. Process according to any one of claims 20 to 34, **characterized in that** the particles are graded after the treatment and the drying.
36. The use of finely divided plant fibers that for a period of action have been subjected to a liquid treatment, which removes the sensorially active substances from the plant fibers, as a filter aid.
37. The use of finely divided plant fibers, which have been produced according to any one of claims 20 to 35, as a filter aid.
38. The use according to claim 36 or 37 in beverage filtration, in particular beer filtration.
39. The use according to claim 36 or 37 in food filtration.
40. The use according to claim 36 or 37 in the sector of the cleaning of liquids in the chemicals industry.

41. The use according to claim 36 or 37 in the sector of the cleaning of auxiliary liquids in metalworking.
42. The use according to claim 26 or 37 in the sector of pharmaceuticals and cosmetics.

**A b s t r a c t:**

The filter aid comprises finely divided plant fibers, which for a period of action have been subjected to a liquid treatment, which removes the sensorially active substances from the plant fibers.



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Application No. :

U.S. National Serial No. :

Filed :

PCT International Application No. : PCT/DE98/00630

VERIFICATION OF A TRANSLATION

I, Susan POTTS BA ACIS

Director to RWS Group plc, of Europa House, Marsham Way, Gerrards Cross, Buckinghamshire, England declare:

That the translator responsible for the attached translation is knowledgeable in the German language in which the below identified international application was filed, and that, to the best of RWS Group plc knowledge and belief, the English translation of the international application No. PCT/DE98/00630 is a true and complete translation of the above identified international application as filed.

I hereby declare that all the statements made herein of my own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code and that such willful false statements may jeopardize the validity of the patent application issued thereon.

Date: 3 September 1999

Signature of Director :



For and on behalf of RWS Group plc

Post Office Address :

Europa House, Marsham Way,  
Gerrards Cross, Buckinghamshire,  
England



⑬ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENTAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 197 10 315 A 1**

*Exhibit 0*  
⑨ Int. Cl.<sup>5</sup>  
**B 01 D 39/02**  
B 01 D 39/04

⑭ Aktenzeichen: 197 10 315.4  
⑮ Anmeldetag: 13. 3. 97  
⑯ Offenlegungstag: 1. 10. 98

DE 197 10 315 A 1

⑦① Anmelder:  
Herzog, Stefan, 80333 München, DE  
⑦④ Vertreter:  
Palgen und Kollegen, 40239 Düsseldorf

⑦② Erfinder:  
Antrag auf Nichtnennung

⑤⑥ Entgegenhaltungen:  
DE 41 10 252 C1  
FR 3 85 035  
EP 07 47 104 A2  
JP 07-3 28 353 A

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Filterhilfsmittel

⑤⑦ Das Filterhilfsmittel umfaßt kleinteilige Partikel aus Pflanzenfasern, die während einer Einwirkungsdauer einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt.

DE 197 10 315 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf ein Filterhilfsmittel nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1, ein Verfahren zu seiner Herstellung und seine Verwendung.

- 5 Filterhilfsmittel auf Cellulosebasis sind seit langem bekannt ("Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, 3. Auflage (1951), erster Band, Seiten 492, Stichwort "Verfilzte Schichten" und 493, Stichwort "Filterungshilfsmittel"). Cellulose wird durch einen mehrstufigen chemischen Prozeß hergestellt, bei dem alle sensorisch wirksamen Stoffe aus dem Rohstoff entfernt werden.

- 10 Filterhilfsmittel aus reiner Cellulose finden daher überall dort Anwendung, wo die sensorische Unbedenklichkeit des eingesetzten Filterhilfsmittels von wesentlicher Bedeutung ist. Beispiele für cellulosische Filterhilfsmittel sind: EPC (extraktarme Cellulose), feine Pulvercellulose, feine fibrillierte Cellulose, kationisierte Pulvercellulose, feine MCC (mikrokristalline Cellulose).

- 15 Filterhilfsmittel aus unbehandelten Holzfaserstoffen werden dagegen durch mechanische Zerkleinerung, also nur durch physikalische Behandlung hergestellt und können demnach im Verlauf der Filtration Extraktstoffe (Farbe, Geruch, Geschmack) abgeben. Der Einsatz von Filterhilfsmitteln auf Holzfaserbasis ist daher in der Regel auf technische Filtrationen mit geringeren Ansprüchen hinsichtlich der Sensorik beschränkt. Für Filtrationen im Nahrungs- und Genußmittelbereich, aber auch für viele technische Zwecke kommen sie nicht in Betracht, z. B. bei Zuckerlösungen (Glucose, Dextrose, Fructose), Melasse, Färbelösungen, Fetten und Ölen und dgl.

- 20 Das schwierige Gebiet der Getränkefiltration erfordert einerseits die vollkommene sensorische Neutralität des eingesetzten Filterhilfsmittels; andererseits ist die Zahl der grundsätzlich einsetzbaren Filterhilfsmittel aus wirtschaftlichen Gründen begrenzt, da die maximalen Aufwendungen für das Filterhilfsmittel vom Preis der in diesem Markt dominierenden mineralischen Filterhilfsmittel festgelegt wird.

- Üblicherweise erfolgt die Bierfiltration in zwei Stufen. In der ersten Stufe handelt es sich in der Regel um eine Grobfiltration, bei der die Flüssigkeit meist eine angeschwemmte Schicht eines Filterhilfsmittels passiert. Dieser Stufe ist häufig eine Feinfiltration (Membran, Kieselgur etc.) nachgeschaltet.

- 25 Das maßgebliche Filterhilfsmittel für die Anschwemmfiltration auf dem Getränke-, insbesondere Biersektor ist Kieselgur. Ein hoher Prozentsatz der Weltbierproduktion wird mittels Kieselgurfiltration geklärt. Dies sind derzeit insgesamt mehr als 1,1 Mrd. hl Bier.

- 30 Der Gesamtbedarf an Filterhilfsmitteln liegt weltweit bei ca. 750.000 t pro Jahr, wobei der weitaus größte Anteil dieser Menge von anorganischen Stoffen wie eben Kieselgur, Perlite oder Bentonit gestellt wird. Von dieser Gesamtmenge werden weltweit etwa 250.000 t bis 300.000 t pro Jahr von der Getränkeindustrie verbraucht, zum großen Teil von Brauereien, aber auch von Herstellern von Wein und Fruchtsäften.

- 35 Der Anteil von Filterhilfsmitteln, die auf organischen, nachwachsenden Rohstoffen basieren (Cellulose, Flozraserstoffe etc.) beläuft sich bislang nur auf ca. 20.000 t pro Jahr, obwohl deren Verwendung im Vergleich zu anorganischen Filterhilfsmitteln zahlreiche Vorteile bietet.

- So handelt es sich bei den organischen Filterhilfsmitteln um natürliche Materialien, deren Qualität nur in geringen Grenzen schwankt und deren Vorkommen in regelmäßigen Abständen erneuert werden kann. Zudem birgt die Verwendung von organischen Filterhilfsmitteln weder gesundheitliche Risiken noch schädliche Auswirkungen für Umwelt und Natur. Pumpen und Förderelemente der Filtrationsanlagen werden aufgrund des nichtabrasiven Verhaltens bestmöglich geschont. Schließlich lassen sich die verbrauchten Filterkuchen beispielsweise über Landwirtschaft, Kompostierung oder Viehfütterung relativ leicht entsorgen.

Allerdings sind die organischen Filterhilfsmittel zum Teil um ein Mehrfaches teurer als Kieselgur oder sie besitzen Filtrationseigenschaften, die denen der Kieselgur nicht in vollem Maß entsprechen.

- 45 Aus diesem Grund haben sich organische Filterhilfsmittel bisher gegen Kieselgur nicht in Szene setzen können bzw. sind allenfalls zusammen mit Kieselgur verwendet worden (Aufsatz von J. Speckner "Cellulose als Filterhilfsmittel" in Z. "Brauwelt", Jahrgang 124 (1984), Heft 46, Seiten 2058 bis 2066, insbesondere Seite 2062, linke Spalte oben).

- Kieselgur erweist sich jedoch in zunehmendem Maße als problematisch. Als mineralischer Naturstoff ist sie in ihrem Vorkommen begrenzt. Inzwischen muß bei Kieselgur mehr und mehr auf minderwertige Qualitäten zurückgegriffen werden, um dem hohen Bedarf der Industrie gerecht zu werden. Dies führt jedoch zu steigenden Aufwendungen für die Reinigung und Verarbeitung der Kieselgur, die langfristig deren wirtschaftliche Situation negativ beeinflussen könnte.

- 50 Von noch größerem Einfluß ist aber die Tatsache, daß die Anwender gegenüber der Kieselgur eine zunehmend kritische Haltung einnehmen.

- Dies ist auf die Lungengängigkeit vieler natürlicher Mineralstoffe und auch der Kieselgur zurückzuführen, die aus arbeitsmedizinischer Sicht sehr ernst zu nehmen ist. Die World Health Organisation (WHO) stuft Kieselgur 1988 nach 55 Tierversuchsergebnissen als kanzerogener Stoff ein. Für die Handhabung gelten strenge Vorschriften, die in Deutschland mehr und mehr beachtet und durchgesetzt werden.

- Ein weiterer Aspekt besteht darin, daß die Entsorgung der Kieselgur in Industrieländern zunehmend kritischer wird. Eine Einstufung als Sondermüll erschwert die Deponierung erheblich. Mit der Einführung der neuen TA Siedlungsabfall verschärft sich die Entsorgungssituation für Kieselgur weiter. In vielen Fällen verursacht die Entsorgung von als Filterhilfsmittel gebrauchter Kieselgur bereits Kosten von ca. 600,00 DM pro t Kieselgur, wenn diese in der Befiltration eingesetzt wurde bzw. 1500,00 pro t Kieselgur, wenn diese bei der technischen Filtration von Problemstoffen verwendet wurde.

- Ausgehend von diesen dringenden Problemen insbesondere auch auf dem Gebiet der Bierfiltration liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein wirksames und wirtschaftlich bereitstellbares Filterhilfsmittel zu entwickeln.

- 65 Diese Aufgabe wird durch die in Anspruch 1 wiedergegebene Erfindung gelöst.

- Es sollen sensorisch, also farblich, geruchlich und/oder geschmacklich wirksame Stoffe vor dem Einsatz als Filterhilfsmittel in ausreichendem Maß aus dem Filterhilfsmittel entfernt werden, so daß keiner dieser Stoffe in nennenswertem Umfang in das Filtrat übergehen und dessen sensorische Eigenschaften beeinträchtigen kann. Die Partikel werden

gewissermaßen sensorisch ausreichend neutralisiert, um als Filterhilfsmittel dienen zu können. Dabei ist wesentlich, daß die Behandlung nur gerade soweit getrieben wird, wie es für diesen Zweck erforderlich ist. Der Energie- und Chemikalieneinsatz bleibt in einem vertretbaren Rahmen, so daß das Produkt wirtschaftlich mit Kieselgur konkurrieren kann. Die Einwirkung ist also nicht so durchgreifend, wie es bei der Herstellung von Cellulose aus Holzfasern der Fall ist. Überraschend wurde gefunden, daß durch eine Flüssigkeitsbehandlung eine ausreichende Neutralisierung der Partikel in sensorischer Hinsicht erreicht werden kann, ohne daß es gleichzeitig anzuwendender hoher Drücke und Temperaturen, großer Mengen scharfer Chemikalien und vielstündiger bis tagelanger Behandlungszeiten bedarf. Durch die Erfindung wird unter einem Aspekt den Pflanzenfaserstoffen ein erweitertes Anwendungsgebiet eröffnet, ohne daß es des Aufwandes wie bei der Celluloseherstellung bedarf.

Ausgangspunkt und bevorzugtes Anwendungsgebiet für die Erfindung ist zwar die Bier- und Getränkefiltration, wo es um die Schaffung eines Kieselgurersatzstoffes geht, doch ist die Erfindung nicht auf diesen Anwendungsbereich beschränkt.

Bei der bevorzugten Ausführungsform des Erfindungsgedankens umfassen die Partikel Holzpartikel (Anspruch 2), z. B. Holzfasern, Hackspäne, Fräsabfall, Splitterholz und dergleichen.

Es kommen aber auch Baumwolle, Stroh, Hanf, Flachs, Bast, Gräser als Ausgangsmaterial in Betracht, ebenso cellulosehaltige Sekundärrohstoffe wie Altpapier und Papierabfälle.

Bei dem bevorzugten Ausführungsbeispiel der Erfindung sind die Partikel mit verdünnter Lauge behandelt worden (Anspruch 5). Es ist jedoch eine Behandlung mit verdünnter Säure (Anspruch 6), mit einem organischen oder anorganischen Lösungsmittel (Anspruch 7) oder auch nur mit Wasser (Anspruch 8) nicht ausgeschlossen, wobei nach den bekannten Regeln längere Einwirkungsdauer und höhere Temperatur das geringere Lösungsvermögen auszugleichen haben.

Die aus Holzpartikeln hergestellten Partikel des Filterhilfsmittels sollen tatsächlich noch Holzcharakter haben, d. h. es soll nicht praktisch quantitativ das Lignin aus dem Rohstoff Holz herausgelöst worden sein, wie es bei der Celluloseherstellung im Sulfit- oder Sulfatverfahren durch vielstündige Behandlung unter erhöhtem Druck bei weit über 100°C liegenden Temperaturen geschieht.

Die Behandlungszeit bei der Erfindung kann insbesondere bei der Laugenbehandlung relativ kurz sein, z. B. unter zwei Stunden betragen, so daß sie sich um fast eine Größenordnung von der Behandlungszeit bei der Celluloseherstellung unterscheidet. Das Ziel ist die Entfernung nur der Anteile des Holzes, die im Hinblick auf den Verwendungszweck als Filterhilfsmittel unerwünscht sind, d. h. geschmackliche, geruchliche und/oder farbliche Wirkungen im Filtrat ausüben. Es handelt sich hierbei nicht in erster Linie um Lignin, sondern um Verbindungen wie etherische Öle, Terpene und Terpenoide, Gerbsäuren, Fette und Wachse, phenolische Substanzen (Lignane, Phenylpropane, Cumarin) Stilbene, Flavonoide und dergleichen, die eine Menge von ca. 4 bis 6 Gewichtsprozent des trockenen Rohstoffs ausmachen. Es hat sich gezeigt, daß diese Verbindungen durch eine Behandlung mit verdünnten Laugen oder Säuren schon bei Umgebungstemperaturen unter Atmosphärendruck so weit aus dem Holz herausgelöst oder aber unwirksam gemacht werden können, daß die behandelten Holzpartikel für die praktische Verwendung als Filterhilfsmittel sensorisch hinreichend neutral sind. Es kommt nicht darauf an, daß bei einer scharfen Analyse keinerlei Rückstände der unerwünschten Art mehr festzustellen sind, sondern daß z. B. ein mit dem Filterhilfsmittel gefiltertes Medium bei der sensorischen Prüfung keinen Holzgeschmack oder Holzduft und keine braune Verfärbung erkennen läßt.

Gerade bei Holzpartikeln als Ausgangsprodukt kann das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel besonders wirtschaftlich bereitgestellt werden. Die Kosten dürften in der gleichen Größenordnung wie die Kosten für Kieselgur liegen, aber nur etwa ein Drittel der Kosten für Cellulosepulver betragen.

Es scheint auch so zu sein, daß die erfindungsgemäß behandelten Partikel eine oberflächlich zusätzlich aufgeraute bzw. zerkülfete Struktur erhalten, die die Filtereigenschaften vorteilhaft beeinflußt.

Die Behandlung kann relativ zu den Behandlungsdauern der Zellstoffherstellung kurzzeitig sein.

Die Mahlung bestimmt weitgehend die Filtrationseigenschaften. Bei feiner Mahlung ist in der Regel die Permeabilität der Filterschicht geringer. Durch die Mahlung (Mikronisierung, Fibrillierung) wird zudem die Partikelform beeinflußt, die wiederum den noch zu erläuternden Wasserwert als Maß für die Durchlässigkeit der Filterschicht verändert. Bei faserigen Celluloseprodukten können diese z. B. mehr oder weniger fibrilliert sein. Die Mahlung kann auch in mehreren Schritten erfolgen, indem sich einer ersten Mahlung zur Herstellung der Partikel eine weitere Mahlung nach der Behandlung und vor oder nach der Trocknung anschließt.

Gemäß Anspruch 9 kann das Filterhilfsmittel im wesentlichen nur Holzpartikel ein und derselben Art, Größe und Vorbehandlung enthalten, also im wesentlichen einheitlich zusammengesetzt sein.

Es ist aber gemäß Anspruch 10 auch möglich, daß das Filterhilfsmittel mindestens zwei nach unterschiedlichen Verfahren zerkleinerte Anteile der Partikel enthält, um die Filtrationseigenschaften den Erfordernissen entsprechend einzustellen zu können.

Unter dem gleichen Aspekt kann das Filterhilfsmittel mindestens zwei auf unterschiedliche Abmessungen zerkleinerte Anteile der Partikel (Anspruch 11) und/oder mindestens zwei aus unterschiedlichen Ausgangsmaterialien (Pflanzenfasern) hergestellte Partikel enthalten (Anspruch 12).

Das Filterhilfsmittel kann auch andere, die Filtrationseigenschaften nicht beeinflussende Anteile enthalten (Anspruch 13).

Es kann auch eine Mischung mit anderen, d. h. nicht aus Pflanzenfasern bestehenden filteraktiven Anteilen sein (Anspruch 14), auch mit mineralischen Anteilen (Anspruch 15), namentlich mit Kieselgur (Anspruch 16), was die Wirkung hätte, den Kieselguranteil und die damit einhergehenden eingangs erwähnten Probleme zu reduzieren.

Es kommen aber als zusätzliche Bestandteile auch andere mineralische Filterhilfsmittel, insbesondere Perlite, in Betracht (Anspruch 17).

Gemäß Anspruch 18 soll die größte mittlere Partikelabmessung des gebrauchsfertigen Filterhilfsmittels unterhalb 3,0 mm liegen.

Bei faserförmigen Partikeln hingegen soll der mittlere Faserdurchmesser unter 1,0 mm liegen.

Da die Partikel durch Mahlung hergestellt sind, haben sie keine scharfe Größe, sondern eine Größenverteilung etwa nach einer Gauß'schen Kurve. Die Lage des Maximums dieser Kurve sei hier als größte Partikelabmessung verstanden.

Das erfindungsgemäße Filterhilfsmittel kann zur Bildung von Anschwemm-Filterstschichten in der gleichen Weise eingesetzt werden, wie es bisher bei den mineralischen Filterhilfsmitteln der Fall war.

Die Erfindung erstreckt sich auch auf ein Verfahren gemäß Anspruch 20 zur Herstellung des Filterhilfsmittels, bei dem die Partikel während einer Einwirkungsdauer mit der Behandlungsflüssigkeit digeriert werden.

Ein in Betracht kommender Temperaturbereich bei der Behandlung der Partikel ist der Bereich der Umgebungstemperatur, der zwar keinen Heizenergieaufwand, dafür aber längere Behandlungszeiten erfordert (Anspruch 21).

Ein weiterer praktikabler Bereich mit kürzeren Behandlungszeiten ist 50–130°C (Anspruch 22).

Ein wichtiges Verfahrensmerkmal bei der Behandlung der Partikel ist jedoch, daß die Behandlung auch bei Temperaturen unterhalb 100°C und gleichzeitig bei Atmosphärendruck stattfinden kann (Anspruch 23), was die für die Herstellung des Filterhilfsmittels benötigte Anlage wesentlich vereinfacht.

Bei der bevorzugten Arbeitsweise nach Anspruch 24 wird als Behandlungsmittel verdünnte Lauge verwendet.

Es kann gemäß Anspruch 25 bei Atmosphärendruck im Temperaturbereich von 70 bis 90°C gearbeitet werden, was eine gegenüber der Umgebungstemperatur deutlich erhöhte, jedoch unter dem Siedepunkt liegende Temperatur bedeutet und den Einsatz von Druckgefäßen erübrigt. Dies führt mit einem Minimum an apparativem und energetischem Aufwand zu einem brauchbaren Filterhilfsmittel.

"Verdünnte Lauge" soll eine wäßrige Lösung mit einem Anteil von 2 bis 10 Gew.-% der trockenen Lauge, bezogen auf den Feststoffgehalt, bedeuten (Anspruch 26).

Bei der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird Natronlauge verwendet (Anspruch 27).

Die Einwirkungsdauer hängt abgesehen von Druck und Temperatur vom Lösungsvermögen der Behandlungsflüssigkeit für die unerwünschten Inhaltsstoffe ab und wird bei Wasser als Behandlungsflüssigkeit relativ am längsten sein. Bei verdünnter Lauge als Behandlungsflüssigkeit kommen auch keine Einwirkungsduern im Sekundenbereich in Betracht, sondern solche, die im Vergleich zu den bei der Celluloseherstellung notwendigen mehrstündigen bis tagelangen Einwirkungsduern kurz sind. Die Einwirkungsdauer ist zum Teil von der Partikelgröße abhängig.

Sie bemißt sich im übrigen danach, daß gerade nur die sensorisch maßgeblichen Stoffe aus den Partikeln, insbesondere den Holzpartikeln entfernt werden sollen. Letzteres Ziel ist erreicht, wenn höchstens 10 Gew.-% aus der Holzinhaltsstoffe entfernt werden (Anspruch 28), während es bei der Celluloseherstellung um die Befreiung von meist mehr als 30% der Holzinhaltsstoffe geht.

Die Einwirkungsdauer kann bei einer Laugenbehandlung insbesondere zwischen 5 und 120 min. liegen (Anspruch 29).

Die Stoffdichte, d. h. der Gewichtsanteil der Partikel in der verdünnten Lauge, kann bei der Behandlung 5 bis 25% betragen (Anspruch 30).

Die Partikel können nach der Einwirkungsdauer gewaschen und getrocknet werden (Anspruch 31).

Die Partikelgröße (Maximum der Korngrößenverteilung) kann während der Behandlung bis zu 10 mm, vorzugsweise 0,1 bis 1,0 mm betragen (Anspruch 32).

Da bei einer Mahlung in der Naßphase sich die Kornform ändert, eröffnet sich auf diesem Wege eine Möglichkeit, den Wasserwert einzustellen (Anspruch 33).

Im Einzelfall ist es ohne Aufgabe der sensorischen Unbedenklichkeit möglich, die Partikel nach der Laugenbehandlung und dem Trocknen weiterzuerkleinern (Anspruch 34).

Um im Hinblick auf die Filtereigenschaften eindeutige Verhältnisse zu bekommen, empfiehlt es sich gemäß Anspruch 35, die Partikel nach der Laugenbehandlung und dem Trocknen zu klassieren.

Die Erfindung verkörpert sich auch in der Verwendung von kleinteiligen Partikeln aus Pflanzenfasern, die während einer Einwirkungsdauer einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksamen Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt, als Filterhilfsmittel (Anspruch 36), insbesondere wenn die Partikel nach dem Verfahren der Ansprüche 20 bis 35 behandelt worden sind (Anspruch 37).

Eine in Betracht kommende Verwendung erfolgt insbesondere in der Getränke-, insbesondere Bierfiltration (Anspruch 38).

Andere Anwendungsfelder der Erfindung sind die Lebensmittelfiltration (Anspruch 39), also z. B. Zuckerlösungen, Speiseöl, Fett, Gelatine, Zitronensäure, Alginate usw., die Filtration im Bereich der Chemie (Anspruch 40), also z. B. Chloralkali, im Bereich der Reinigung von Hilfsflüssigkeiten der Metallbearbeitung (Anspruch 41), also z. B. Kühlschmierstoffe, Walzöle, Schleiföle usw., und im Bereich der Pharmazie und Kosmetik (Anspruch 42).

Zur Untersuchung der Wirksamkeit der erfindungsgemäßen Behandlung der Pflanzenfaserpartikel wurden unbehandelte Pflanzenfaserpartikel (Lignocel C 120) mit erfindungsgemäß behandelten Pflanzenfaserpartikeln (Probe Nr. 1; Probe Nr. 2; Probe Nr. 3) verglichen. Die Proben Nr. 1 bis Nr. 3 wurden wie folgt behandelt:

Probe 1: Zur Darstellung der behandelten Pflanzenfaserpartikel wurden in einem Misch- und Aufbereitungsreaktor bei 20°C bis 25°C ohne zusätzliches Temperieren und ohne Rühren 330 g Holzfasermehl (Partikelbereich: 70–150 µm), 3700 ml Wasser und 15,8 g festes Natriumhydroxid digeriert (umgesetzt). Der Feststoffgehalt lag unter 10 Gew.-%, die Retentionszeit betrug mindestens 16 Stunden, der pH-Wert der wäßrigen Lauge lag nach 16 Stunden unter 11,3.

Die Natronlauge wurde über einen Kunststoff-Filter abgescnucht, der vorgeetrocknete Naßkuchen wurde in heißem Wasser (70°C) aufgeschlämmt, so daß ein Feststoffgehalt unter 15 Gew.-% erreicht wurde. Es wurde mit verdünnter Salzsäure ein End-pH-Wert von 3,0 bis 7,0 eingestellt und die Lösung über einen Kunststoff-Filter abgescnucht. Die anschließende Nachwaschung erfolgte mindestens zweimal mit jeweils 200 bis 500 ml 70°C heißem Wasser.

Probe 2 wurde mit heißer Lauge behandelt und kalt nachgewaschen. In einem Misch- und Aufbereitungsreaktor wurde bei Temperaturen über 50°C und unter Rühren 330 g Holzfasermehl (Partikelbereich: 70–150 µm), 3700 ml Wasser und weniger als 12 g festes Natriumhydroxid digeriert (umgesetzt). Der Feststoffgehalt lag unter 10 Gew.-%, die Retentionszeit betrug mindestens 20 Minuten, der pH-Wert der wäßrigen Lauge lag bei Versuchsende unter 10,8. Die Natronlauge

wurde über einen Kunststoff-Filter abgeseiht, der vorgetrocknete Naßkuchen wurde in heißem Wasser (70°C) aufgeschlämmt, so daß ein Feststoffgehalt unter 15 Gew.-% erreicht wurde. Es wurde mit verdünnter Salzsäure ein End-pH-Wert von 3,0 bis 7,0 eingestellt und die Lösung über einen Kunststoff-Filter abgeseiht. Die anschließende Nachwaschung erfolgte mindestens zweimal mit jeweils 200 bis 500 ml 20°C kaltem Wasser.

Probe 3 wurde im Technikum hergestellt. Der Feststoffgehalt war mit den Laboransätzen vergleichbar. Es wurde dreimal kalt gewaschen.

Zur Bestimmung der Ausbeute wurde der jeweils entstandene Naßkuchen 5 bis 10 mm dünn auf Folie aufgebracht und getrocknet.

An diesem Material wurden der Weißgrad und das Schüttgewicht bestimmt.

Die Ausbeute (atro) lag bei mindestens 97 Gew.-%, das heißt höchstens 3 Gew.-% der Bestandteile des eingesetzten Holzfasermeihls wurden durch die Laugenbehandlung herausgelöst.

Die sensorische Prüfung erfolgte in einer wäßrigen Aufschlämmung, in der 1 g Produkt bei 100°C in 150 ml Wasser aufgeschlämmt worden war. An dieser Aufschlämmung wurden Geruch und Geschmack geprüft.

Um einen Eindruck zu gewinnen, was in dem unbehandelten Holzpartikelmaterial (Lignocel C 120) einerseits und dem der Laugenbehandlung unterworfenen Holzpartikelmaterial (Proben Nr. 1-3) andererseits an extrahierbaren Stoffen noch enthalten ist, wurden die Materialien einer Extraktion in einer Soxhletapparatur unterworfen. Die Menge der in den Materialien enthaltenen noch extrahierbaren Inhaltsstoffe sind ein Maß für die Eignung der Materialien als Filterhilfsmittel für sensorisch anspruchsvolle Filtrationen.

Bei der Extraktion in der Soxhletapparatur wurden 5 g des auf einen Feuchtegehalt unter 10 Gew.-% getrockneten Produkts 5 Stunden mit 250 ml Ethanol/Wasser (1 : 1) extrahiert und der Extraktgehalt gravimetrisch bestimmt.

Mit dem auf einen Feuchtegehalt unter 10 Gew.-% getrockneten Material wurde schließlich nach einer Arbeitsvorschrift der Firma Schenk eine Versuchsfiltration bei 20°C durchgeführt, bei der die Naßkuchenhöhe, der Darcy-Wert, das Schwimmverhalten und der Wasserwert bestimmt wurden.

Die Ergebnisse der Versuche sind in der beigefügten Tabelle zusammengefaßt.

Die Beurteilung im sensorischen Bereich erfolgt nach Werteangaben. 0 bedeutet gut, 10 bedeutet schlecht.

Es ist in der Tabelle zu sehen, daß das unbehandelte Material im Hinblick auf den Geruch einen Wert 8 aufweist, der wesentlich schlechter ist als die Werte der behandelten Proben Nr. 1-3.

Dasselbe gilt für den Geschmack, der bei dem unbehandelten Produkt Lignocel C 120 maximal schlecht zu beurteilen war.

Ein wichtiger Punkt ist die Extraktmenge. Bei dem unbehandelten Produkt Lignocel C 120 ließen sich noch 3,37% extrahieren, während die entsprechenden Werte der behandelten Produkte um 1,0% liegen. Das bedeutet, daß durch die relativ milde Laugenbehandlung ein erheblicher Teil der extrahierbaren und beim Einsatz des Produkts als Filterhilfsmittel unter Umständen störenden Inhaltsstoffe bereits herausgetost worden sind.

Durch die Laugenbehandlung des Produktes und die anschließenden Waschvorgänge läßt sich in einem gewissen Umfang Einfluß auf den Wasserwert nehmen, der ein Maß für die Durchlässigkeit des Filterhilfsmittels ist. Die Bestimmung des Wasserwertes erfolgt mit einem Labordruckfilter (Durchmesser 50 mm) und einem Wasserhochbehälter mit Niveauregelung. Zwischen dem Niveau des Wassers im Wasserhochbehälter und dem Filterboden ist eine Differenz von 2 m einzuhalten.

Der Laborfilter wird mit einer angefeuchteten durchlässigen Celluloseschicht (Schenk D-Schicht mit der Siebseite nach unten) versehen und verschlossen. Anschließend werden 25 g Filterhilfsmittel in 200 bis 300 ml reinem Wasser aufgeschlämmt und vollständig in den Laborfilter überführt. Der Laborfilter wird an den Wasserhochbehälter angeschlossen und entlüftet. Nach einer Minute werden 500 ml Wasser abfiltriert und anschließend die Zeit für die nächsten 100 ml Filtrat gestoppt. Der Wasserwert ergibt sich aus der gestoppten Zeit wie folgt:

$$\text{Wasserwert} = \frac{480}{\text{Zeit in Minuten}}$$

Wenn sich hierbei ein Wasserwert kleiner 150 ergibt, erfolgt die Bestimmung wie oben, jedoch unter Anwendung von nur 4 g Filterhilfsmittel. Dann ergibt sich

$$\text{Wasserwert} = \frac{76,8}{\text{Zeit in Minuten}}$$

Je kleiner also die Zeit ist, die eine bestimmte Wassermenge zum Durchströmen der Filterschicht benötigt, desto größer ist der Wasserwert.

TABELLE

Produkt	Feuchte- gehalt Gew.-%	Geruch	Geschmack	Trübung	Farbe	Extrakt %,	Weißer % Schütt- gewicht g/dm <sup>3</sup>	Nag- kuchen- höhe mm/25 g	Darcy- Wert	Anström- verhalten	Wasser- wert min <sup>-1</sup> /25 g
Referenz: Lignocel C 120	9,0	8	10 (bitter)	1 (fast klar)	8 (gelb)	3,17	56,4	78	5,3	gut	770
Probe Nr. 1	3,5	1	2-3 (mild)	0 (klar)	1-2 (farblos)	0,13	34,2	83	8,0	gut	1098
Probe Nr. 2	5,3	1	2-3 (mild)	0 (klar)	2 (farblos)	1,14	34,1	82	7,3	gut	1010
Probe Nr. 3	7,5	5	8 (neutral)	1 (klar)	2-3 (fast farblos)	0,18	36,8	79	7,8	gut	1125

1. Filterhilfsmittel welches kleinteilige Partikel aus Pflanzenfasern umfaßt, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Partikel einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksame Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt.
2. Filterhilfsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzpartikel umfassen.
3. Filterhilfsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzfasern umfassen.
4. Filterhilfsmitteln nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel Holzzerkleinerungsreste umfassen.
5. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Behandlung mit einer verdünnten Lauge unterzogen worden sind.
6. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Behandlung mit einer verdünnten Säure unterzogen worden sind.
7. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Behandlung mit einem organischen oder anorganischen Lösungsmittel unterzogen worden sind.
8. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einer Behandlung mit Wasser unterzogen worden sind.
9. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es im wesentlichen nur Holzpartikel ein und derselben Art, Größenverteilung und Vorbehandlung enthält.
10. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei nach unterschiedlichen Verfahren zerkleinerte Anteile der Partikel enthält.
11. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß es mindestens zwei auf unterschiedliche Abmessungen zerkleinerte Anteile der Partikel enthält.
12. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß es Anteile aus mindestens zwei unterschiedlichen Ausgangsmaterialien hergestellten Partikel enthält.
13. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß es andere, die Filtrationseigenschaften nicht beeinflussende organische oder anorganische Anteile enthält.
14. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß es andere filteraktive Anteile enthält.
15. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß es andere mineralische Anteile enthält.
16. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß es Kieselgur enthält.
17. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß es Perlite enthält.
18. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Partikelabmessung des gebrauchsfertigen Filterhilfsmittels unterhalb 3,0 mm liegt.
19. Filterhilfsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß bei faserförmigen Partikeln der mittlere Faserdurchmesser unter 1,0 mm liegt.
20. Verfahren zur Herstellung des Filterhilfsmittels nach einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel während einer Einwirkungszeit mit der Behandlungsflüssigkeit digeriert werden.
21. Verfahren nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Behandlungsflüssigkeit während der Behandlung im Bereich der Umgebungstemperatur liegt.
22. Verfahren nach Anspruch 20 oder 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Behandlungsflüssigkeit während der Behandlung 50–130°C beträgt.
23. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Behandlungsflüssigkeit während der Behandlung unter 100°C liegt und die Behandlung unter Atmosphärendruck erfolgt.
24. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung mit verdünnter Lauge erfolgt.
25. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur der Lauge während der Behandlung 70 bis 90°C beträgt.
26. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß die Konzentration der verdünnten Lauge 2 bis 10 Gew.-%, bezogen auf den Feststoffgehalt beträgt.
27. Verfahren nach einem der Ansprüche 24 bis 26, dadurch gekennzeichnet, daß als Lauge Natronlauge verwendet wird.
28. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 27, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkungszeit so bemessen wird, daß höchstens 10 Gew.-% atro der Holzinhaltsstoffe entfernt werden.
29. Verfahren nach einem der Ansprüche 24 bis 28, dadurch gekennzeichnet, daß die Einwirkungszeit 5 bis 120 min beträgt.
30. Verfahren nach einem der Ansprüche 24 bis 29, dadurch gekennzeichnet, daß die Stoffdichte bei der Behandlung 5 bis 25% beträgt.
31. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 30, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Einwirkungszeit gewaschen und getrocknet werden.
32. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 31, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikelgröße bei der Behandlung bis zu 10 µm, vorzugsweise 0,1 bis 1,0 mm beträgt.
33. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 32, dadurch gekennzeichnet, daß durch eine Beeinflussung der Mahlung in der Naßphase (Refiner) der Wasserwert eingestellt wird.
34. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 33, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Behandlung und vor dem Trocknen, gleichzeitig mit dem Trocknen oder nach dem Trocknen weiter zerkleinert werden.
35. Verfahren nach einem der Ansprüche 20 bis 34, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel nach der Behandlung und dem Trocknen klassiert werden.



## DE 197 10 315 A 1

36. Die Verwendung von kleinteiligen Partikeln aus Pflanzenfasern, die einer Einwirkungsdauer einer Flüssigkeitsbehandlung unterzogen worden sind, die die sensorisch wirksame Stoffe aus den Pflanzenfasern entfernt, als Filterhilfsmittel.

37. Die Verwendung von kleinteiligen Partikeln aus Pflanzenfasern, die nach einem der Ansprüche 20 bis 35 hergestellt sind, als Filterhilfsmittel.

38. Die Verwendung nach Anspruch 36 oder 37 in der Getränke-, insbesondere Bierfiltration.

39. Die Verwendung nach Anspruch 36 oder 37 in der Lebensmittelfiltration.

40. Die Verwendung nach Anspruch 36 oder 37 im Bereich der Reinigung von Flüssigkeiten in der Chemie.

41. Die Verwendung nach Anspruch 36 oder 37 im Bereich der Reinigung von Hilfsflüssigkeiten der Metallbearbeitung.

42. Die Verwendung nach Anspruch 26 oder 37 im Bereich der Pharmazie und Kosmetik.